

(19)

JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06322469 A**

(43) Date of publication of application: **22.11.94**

(51) Int. Cl
C22C 33/02
H01F 1/08
H01F 41/02

(21) Application number: **05175088**

(22) Date of filing: **15.07.93**

(30) Priority: **19.03.93 JP 05 59820**

(71) Applicant: **HITACHI METALS LTD**

(72) Inventor: **KIKUCHI AKIRA**
UCHIDA KIMIO

(54) **PRODUCTION OF RARE EARTH SINTERED
MAGNET**

(57) Abstract:

PURPOSE: To produce the rare earth sintered magnet having excellent magnetic characteristics by subjecting a mixture composed of rare earth raw material powder and mineral oil to wet compacting in a oriented magnetic field and sintering the compact, thereby preventing the oxidation and moisture adsorption of the compact and improving the preservable property thereof.

CONSTITUTION: The raw material body for the rare earth sintered magnet of an R-Fe-B system (R is ³¹ kinds of rare earth elements including Y) is wet pulverized by using mineral oil or synthetic oil. The raw material body is otherwise mixed with the mineral oil, etc., after dry pulverizing. The mineral oil or synthetic oil having 2 350°C fractional distillation point and 210cSt dynamic viscosity at room temp. is used. The resulted mixture of the powder and the oil is packed and compacted under pressurization in a cavity while the powder is held oriented by impressing a magnetic field for orientation thereto. The compact of the wet state obtd. in such a

manner are subjected to a deoiling treatment by holding for 30 minutes at and under 100 to 500°C and 210⁻¹Torr in a nonoxidizing atmosphere or reducing atmosphere and are then sintered. The heating up rate of a temp. range from ordinary temp. up to 500°C is kept at 2 10°C/min at this time.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2731337号

(45) 発行日 平成10年(1998) 3月25日

(24) 登録日 平成 9 年(1997)12月19日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 C	33/02		C 2 2 C 33/02	H
B 2 2 F	3/02		H 0 1 F 41/02	G
H 0 1 F	1/08		1/08	B
	41/02		B 2 2 F 3/02	M

請求項の数 9 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平5-175088

(22) 出願日 平成 5 年(1993) 7月15日

(65) 公開番号 特開平6-322469

(43) 公開日 平成 6 年(1994)11月22日

(31) 優先権主張番号 特願平5-59820

(32) 優先日 平 5 (1993) 3月19日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(73) 特許権者 000005083

日立金属株式会社

東京都千代田区丸の内 2 丁目 1 番 2 号

(72) 発明者 菊地 亮

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式会社熊谷工場内

(72) 発明者 内田 公穂

埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式会社熊谷工場内

審査官 北村 明弘

(56) 参考文献 特開 昭62-133040 (J P, A)
特開 昭61-114505 (J P, A)
特開 昭57-69707 (J P, A)
特開 平 5 - 5103 (J P, A)
特開 平 1 - 283302 (J P, A)

(54) 【発明の名称】 希土類焼結磁石の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 R - F e - B 系 (R は Y を含む希土類元素のうち一種または二種以上) 希土類焼結磁石用原料粉末と鉱物油または合成油との混合物に配向磁場を印加して粉末を配向させたまま湿式成形し、得られた成形体を焼結することを特徴とする希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 2】 成形体を焼結まで鉱物油または合成油で湿潤状態に保持する請求項 1 に記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 3】 成形体を焼結まで非酸化性または還元性雰囲気中で保持する請求項 1 に記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 4】 R - F e - B 系 (R は Y を含む希土類元素のうち一種または二種以上) 希土類焼結磁石用原料体を鉱物油または合成油を用いて湿式粉碎して粉末と鉱物

油または合成油との混合物を得、これに配向磁場を印加して粉末を配向させたまま湿式成形し、得られた成形体を焼結することを特徴とする希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 5】 R - F e - B 系 (R は Y を含む希土類元素のうち一種または二種以上) 希土類焼結磁石用原料体を乾式で微粉碎し、微粉碎粉末を鉱物油または合成油中に回収して粉末と鉱物油または合成油との混合物を得、これに配向磁場を印加して粉末を配向させたまま湿式成形し、得られた成形体を焼結することを特徴とする希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 6】 成形体に温度 1 0 0 ~ 5 0 0 °C、圧力 1 0 ⁻¹ Torr 以下の条件下で 3 0 分以上保持する脱鉱物油または脱合成油熱処理を施し、その後焼結する請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 7】 成形体に 10^{-1} Torr 以下の圧力下で常温から 500°C までの温度範囲の昇温速度を $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下とする脱鉍物油または脱合成油処理を施し、その後焼結する請求項 1～5 のいずれかに記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 8】 鉍物油または合成油の分留点が 350°C 以下、動粘度が室温で 10 cSt 以下である請求項 1～7 のいずれかに記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 9】 希土類焼結磁石用原料粉末と鉍物油または合成油との混合物の成形キャビティ内への充填を加圧しつつ行う請求項 1～8 のいずれかに記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系希土類焼結磁石の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 希土類焼結磁石は、原料金属を溶解し、鋳型に注湯して得られたインゴットを粉砕、成形、焼結、熱処理、加工の粉末冶金技術を用いて製造されるが、その中で $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系希土類焼結磁石 (R は Y を含む希土類元素のうち一種または二種以上) は、高性能磁石として注目されている。しかし、インゴットを粉砕して得られた希土類焼結磁石用合金粉末は、化学的に非常に活性であるため、大気中において極めて急激に酸化し、磁気特性の劣化を招いてしまう。また、希土類焼結磁石用合金粉末は、急激な酸化により発熱するだけでなく甚だしい場合は、発火してしまうため安全性の面でも問題があった。従来は、このような急激な酸化を防止する方法として、窒素、アルゴン等の不活性ガス中に長時間放置し表面を安定化する処理が行われていたが、処理に長時間を要するため量産性に問題があった。更に、希土類焼結磁石用合金粉末は吸湿性があり、大気中に放置すると大気中の水分を吸着し、製造された希土類焼結磁石の特性を劣化させるという問題点があった。

【0003】

【発明が解決しようとする問題点】 この問題に関し特開昭 61-114505 号では、 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系 (R は Y を含む希土類元素のうち一種または二種以上) 合金粉末と有機溶媒との混合物を作成しこの混合物を磁場中にて圧縮し有機溶媒をろ過して得た成形体を乾燥、焼結および熱処理する永久磁石の製造方法が提案されている。この製造方法によれば、湿式で成形するため酸化、水分の吸着の問題が解決される。近年 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系永久磁石でより高い磁気特性を得るための検討が盛んに行われており、本発明者も特開昭 61-114505 号の湿式成形法を用いて検討を行った。その結果、確かに含有酸素量の低下はなされるものの、トルエン、アルコールといった有機溶媒を用いると 1 週間程度の比較的短時間の内に溶媒に浸漬した微粉あるいは成形体の酸素量が増加し

得られる焼結体の特性が劣化し易いという問題点があることが判明した。そこで、本発明は微粉および成形体の酸化および水分の吸着を防止するとともに、その保存性を向上して高い磁気特性を有する希土類焼結磁石、およびその製造方法を提供するものである。

【0004】

【問題を解決するための手段】 本発明者らは特開昭 61-114505 号の湿式成形法における微粉および成形体の保存性が低い原因について種々検討を行ったところ、以下のことが判明した。即ち、アルコール、アセトン等の親水性有機溶媒は、ある程度の水分を含んでおり、この水分と微粉および成形体中の希土類元素が反応し水酸化物を生成する。これが焼結時に酸化物となり希土類焼結磁石の特性を劣化させる原因となる。また、トルエン、ヘキサン等の疎水性有機溶媒は酸素の溶解度が高く、これらの有機溶媒中の溶存酸素が微粉および成形体中の希土類と反応し酸化物を生成させ、希土類焼結磁石の特性を劣化させる。これらの問題を解消するためには、疎水性の液体であることと酸素の溶解度が小さいことが必要となる。本発明者らは、種々の物質について検討した結果、これらの条件を満足するものとして、鉍物油または合成油が適していることを知見するに至った。すなわち本発明は、 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系 (R は Y を含む希土類元素のうち一種または二種以上) 希土類焼結磁石用原料粉末と鉍物油または合成油との混合物に配向磁場を印加して粉末を配向させたまま湿式成形し、得られた成形体を焼結することを特徴とする希土類焼結磁石の製造方法である。

【0005】 以下に、本発明を詳述する。本発明における希土類焼結磁石用合金は $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系であればよいが、望ましくは $\text{R}-\text{Fe}(\text{Co})-\text{B}-\text{M}$ 系が良く、 R は Y を含む希土類元素のうち一種または二種以上を 25～35 重量%、 B は 0.8～1.2 重量%、 M は Al 、 Nb 、 Ti 、 V 、 Zr 、 Mo 、 W 、 Ga 、 Cu 、 Zn 、 Ge 、 Sn のうち一種または二種以上を 5 重量%以下、残部が不可避免的な混入物をのぞき Fe または Fe と Co からなる。合金系として、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}-\text{Al}-\text{Nb}$ 、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{Co}-\text{B}-\text{Al}-\text{Nb}$ 、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}-\text{Al}-\text{Ga}$ 、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{Co}-\text{B}-\text{Al}-\text{Ga}$ 、 $\text{Nd}-\text{Dy}-\text{Fe}-\text{B}-\text{Al}-\text{Nb}$ 、 $\text{Nd}-\text{Dy}-\text{Fe}-\text{Co}-\text{B}-\text{Al}-\text{Nb}$ 、 $\text{Nd}-\text{Dy}-\text{Fe}-\text{B}-\text{Al}-\text{Ga}$ 、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{Dy}-\text{Co}-\text{B}-\text{Al}-\text{Ga}$ 等が例示されるが、これらに限定されるものではない。

【0006】 微粉末を鉍物油または合成油に浸漬させるには、原料となる希土類焼結磁石用合金の粗粉をボールミル等による湿式粉砕の場合は粉砕前の粗粉の段階で鉍物油または合成油と混合しその状態で微粉砕すればよく、ジェットミル等による乾式粉砕の場合は微粉砕直後に不活性または還元性雰囲気中で鉍物油または合成油との混合物を作成することが望ましく、このようにするこ

とにより微粉末を大気から遮断し酸化、水分の吸着を抑制することができる。なお、鉱物油と合成油との混合油を用いてもよいことは言うまでもない。

【0007】このようにして得られた微粉末と鉱物油または合成油との混合物を湿式成形するのに好適なプレス装置の1例を図1に示す。図1に示すプレス装置を用いた湿式成形の例を以下説明する。断続できる配向磁場中に配置された金型1のキャビティ内に微粉末と鉱物油または合成油の混合物を充填し配向磁場を印加することにより微粉末を配向させ、上パンチ5を下降させ圧力をかけると鉱物油または合成油は、下パンチ2上に置かれたフィルター4を通し下パンチ2に設けられた溶媒排出用穴3を通し排出され粉末が圧縮、成形される。微粉末と鉱物油または合成油の混合物を圧縮している間は配向磁場を印加してもしなくても構わないが、粉末の配向を維持するためおよび金型1と上・下パンチ5、2のクリアランスから鉱物油または合成油とともに微粉末が吹き出すのを防止するためには圧縮が完了するまで配向磁場を印加した状態を維持することが望ましい。図1は配向磁場の方向が圧縮方向に対し垂直の場合を示しているが、圧縮方向に平行になるように配向磁場の発生機構、つまり配向磁場用コイル6およびポールピース7を設けても構わない。また配向磁場の発生方法もこれらに限られるものではない。また、微粉末と鉱物油または合成油の混合物の金型1のキャビティ内への充填を加圧しつつ行うことが望ましい。これは、例えば後述の実施例9（加圧充填）と実施例12（加圧充填行わず）を比較すれば明らかのように、加圧充填を行った磁石の方が残留磁束密度（ B_r ）、最大エネルギー積（ $(BH)_{max}$ ）が高い値となるからである。

【0008】得られた成形体は、大気中に放置すると鉱物油または合成油が気化するのに伴い表面から乾燥し鉱物油または合成油で濡れていない部分が生じ徐々に酸化され焼結により得られる希土類焼結磁石の特性を劣化させる。これを防止するため、成形体は成形直後に鉱物油または合成油もしくは非酸化性または還元性雰囲気の中で焼結炉に挿入するまで保存することが望ましい。

【0009】次に成形体を焼結するが、常温から焼結温度である950～1150℃まで急激に昇温すると成形体内温度が急激に上昇し、成形体中に残留した鉱物油または合成油と成形体内の希土類元素が反応することにより希土類炭化物を生成し、焼結に十分な量の液相の発生が妨げられ十分な密度の焼結体を得られず磁気特性の劣化を招くおそれがある。これを防止するためには、温度100～500℃、圧力 10^{-1} Torr以下の条件下で30分以上保持する脱鉱物油または脱合成油処理を施すことが望ましい。この処理により成形体中に残留した鉱物油または合成油を十分に除去することができる。なお、保持は100～500℃の温度範囲であれば一点である必要はなく二点以上であってもよい。また 10^{-1} Torr以下

の圧力下で室温から500℃までの昇温速度を10℃/min以下、好ましくは5℃/min以下とする脱鉱物油または脱合成油処理を施すことによっても、温度100～500℃、圧力10～1Torr以下の条件下で30分以上保持する処理と同様な効果を得ることができる。

【0010】鉱物油または合成油としては、分留点が350℃以下、動粘度が成形性の点から室温において10cSt以下、さらに好ましくは5cSt以下が良い。

【0011】

10 【実施例】以下、本発明を実施例をもって具体的に説明するが、本発明の内容は、これに限定されるものではない。

（実施例1）

希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、Ndを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=31.0%、B=1.0%、Al=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.1μmであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200～300℃、室温での動粘度が2cStの鉱物油（出光興産製、商品名：MC OIL P-02）に浸漬した。これを図1に示すプレス装置を用いて湿式成形を行った。すなわち、鉱物油に浸漬された微粉末を金型1のキャビティ内に充填し、配向磁場用コイル6に電流を流し配向磁場強度15kOeで鉱物油中の微粉末を配向させ、その状態のまま上パンチ5により加圧した。加圧された鉱物油の大部分はフィルター4を通し下パンチ2に設けられた溶媒排出用穴3を通し排出された。その後配向磁場電流を切り、成形体を取り出してこれを直ちに鉱物油に浸漬させた。得られた成形体を鉱物油から取り出し焼結炉に挿入し圧力 5×10^{-2} Torrで室温から150℃まで1.56℃/minで昇温し、その温度で1時間保持の後500℃まで1.5℃/minで昇温、成形体中の鉱物油を除去し、圧力 5×10^{-1} Torrで500から1100℃まで20℃/minで昇温、2時間保持しその後炉冷した。得られた焼結体を900℃で1時間、600℃で1時間熱処理した後、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表1に示すように十分な特性（焼結体酸素量=1890ppm、炭素量=0.03wt%、 $B_r=13.5$ kG、 $iH_c=11.3$ kOe、 $(BH)_{max}=41.5$ MG Oe）が得られた。

40 【0012】（実施例2）希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、Ndを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=31%、B=1.0%、Al=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いで実施例1と同じ鉱物油を用いたボールミルによる湿式法で微粉碎することにより、微粉末の体積率が

60%の微粉末と鉱物油の混合物を得た。なお、微粉末の平均粒径は $4.0\mu\text{m}$ であった。この混合物について実施例1と同様に成形、焼結および熱処理を行い焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表1に示すように十分な特性が得られた。

(実施例3) 希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、Ndを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=29%、B=1.0%、Al=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを実施例1と同様の工程により熱処理した焼結体とし、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表1に示すように十分な特性が得られた。

(実施例4) 希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、Ndを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=29%、B=1.0%、Al=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを実施例2と同様の工程により熱処理した焼結体とし、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表1に示すように十分な特性が得られた。

(実施例5) 実施例1で得られた成形体を実施例1と同じ鉱物油中に1ヶ月保存し、実施例1と同様の工程により熱処理した焼結体とし、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表1に示すように十分な特性が得られた。

(実施例6) 実施例3で得られた成形体を実施例3と同じ鉱物油中に1週間および1ヶ月保存し、実施例3と同様の工程により熱処理した焼結体とし、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表1に示すように十分な特性が得られた。

【0013】(比較例1)

実施例1と同じインゴットを実施例1と同様の粉碎を行い、鉱物油中に回収せず大気中に開放したところ、即座に発火し微粉の回収を行うことはできなかった。

(比較例2)

実施例1と同じインゴットを実施例1と同様の粉碎を行い、窒素ガス中で気密容器に回収し、48時間大気圧の窒素ガス中で安定化処理をした微粉末を大気中、配向磁

場強度15kOe、成形圧 $1\text{ton}/\text{cm}^2$ で成形し、得られた成形体を $5\times 10^{-4}\text{Torr}$ で室温から 1100°C まで $20^\circ\text{C}/\text{min}$ で昇温、2時間保持後炉冷した。得られた焼結体を 900°C で1時間、 600°C で1時間熱処理した後、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表1に示すように、実施例より酸素量が高く、特性も実施例より低い結果となった。

(比較例3)

実施例1と同じインゴットを実施例1と同様の粉碎を行い、窒素ガス中で気密容器に回収し、48時間大気圧の窒素ガス中で安定化処理をした微粉末を大気中、配向磁場強度15kOe、成形圧 $1\text{ton}/\text{cm}^2$ で成形し、得られた成形体を圧力 $5\times 10^{-4}\text{Torr}$ で室温から 1100°C まで $20^\circ\text{C}/\text{min}$ で昇温、2時間保持後炉冷した。得られた焼結体を 900°C で1時間、 600°C で1時間熱処理した後、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表1に示すように、実施例より酸素量が高く、焼結体密度、磁気特性も実施例より低い結果となった。

(比較例4)

実施例1と同じインゴットを実施例1と同様に粉碎、n-ヘキサン中への回収、湿式成形を行い、得られた成形体を圧力 $5\times 10^{-4}\text{Torr}$ で室温から 1100°C まで $20^\circ\text{C}/\text{min}$ で昇温、2時間保持後炉冷した。得られた焼結体を 900°C で1時間、 600°C で1時間熱処理した後、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表1に示すように、酸素量は実施例と同様であるが炭素量が高く焼結体密度が小さくっており、磁気特性も実施例より低い結果となった。

(比較例5)

実施例1と同じインゴットを実施例1と同様に粉碎し、n-ヘキサン中に回収、湿式成形を行い、n-ヘキサン中に1週間および1ヶ月保存した後、実施例1と同様の工程で熱処理した焼結体とした。得られた焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ炭素量は実施例1と同等であるが、酸素量が実施例1に比べ高く、磁気特性も実施例1より低い結果となった。

【0014】

【表1】

10

20

30

	[O] [ppm]	[C] [wt%]	ρ_s [g/cm ³]	Br [kG]	iHc [kOe]	(BH) _{max} [MGoe]
実施例 1	1890	0.03	7.59	13.5	11.8	41.5
実施例 2	1920	0.03	7.58	13.4	11.9	41.7
実施例 3	1690	0.02	7.60	13.8	11.1	42.5
実施例 4	1650	0.03	7.60	13.7	11.3	42.1
実施例 5	1920	0.03	7.59	13.5	11.9	41.6
実施例 6	1680	0.03	7.59	13.8	11.2	42.5
	1700	0.03	7.59	13.7	(1週間保存) 11.3	42.3 (1ヶ月保存)
比較例 2	5500	0.03	7.57	11.8	10.6	34.8
比較例 3	6200	0.04	7.51	9.9	9.2	20.0
比較例 4	2600	0.14	7.49	9.2	8.9	18.3
比較例 5	3940	0.03	7.58	12.2	10.9	38.3
	5620	0.03	7.57	11.9	(1週間保存) 10.7	35.1 (1ヶ月保存)

 ρ_s : 焼結体密度

【0015】（実施例7）希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、Ndを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=31%、B=1.0%、Al=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.0 μ mであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200~300℃、室温での動粘度が2cStの合成油（出光興産製、商品名ダフニクリーナーH）に浸漬した。これを実施例1と同一の条件で成形、焼結、熱処理を行い、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表2に示すように十分な特性が得られた。

【0016】（実施例8）

希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、Ndを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=31.0%、B=1.0%、Al=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.2 μ mであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200~300℃、室温での動粘度が2.0cStの鉱物油（出光興産製、商品名：MC OIL P-02）に浸漬した。次いで、図1に示すのと同じ構造の上・下パンチを有するが、配向磁場の方向が圧縮方向に平行になるように配向磁場用コイルとポールピースを設けたプレス装置を用いキャビティ内に上記浸漬原料を注入して成形した。具体的には、原料注入口を有するダイスを用い、10kOeの磁場を印加したキャビティに注入口を経由して10kgf/cm²の圧力で浸漬原料を加圧注入した。注入後、印加磁場を維持したまま1ton/cm²の加圧力

で成形し、成形体を得た。得られた成形体は以後実施例1と同一の条件で焼結、熱処理を行い、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表2に示すように十分な特性が得られた。

【0017】（実施例9）

希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、フェロニオブ、Nd、Dyを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=29.0%、Dy=2.0%、B=1.0%、Al=0.3%、Nb=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.0 μ mであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200~300℃、室温での動粘度が2.0cStの鉱物油（出光興産製、商品名：MC OIL P-02）に浸漬した。次いで実施例8と同一の条件で成形し、さらに同一の条件で焼結、熱処理を行い焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表2に示すように十分な特性が得られた。

【0018】（実施例10）

希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、Co、Ga、フェロボロン、フェロニオブ、Nd、Pr、Dyを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=30.0%、Pr=0.5%、Dy=1.0%、B=1.0%、Al=0.3%、Nb=0.3%、Co=2.0%、Ga=0.1%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.1 μ mであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200~300℃、室温での動粘度が2.0cS

tの鉱物油（出光興産製、商品名：MC OIL P-02）に浸漬した。次いで実施例8と同一の条件で成形し、さらに同一の条件で焼結、熱処理を行い焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表2に示すように十分な特性が得られた。

【0019】（実施例11）希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、フェロニオブ、Nd、Dyを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=29.0%、Dy=2.0%、B=1.0%、Al=0.3%、Nb=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は3.8 μ mであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200～300℃、室温での動粘度が2.5cStの合成油（出光興産製、商品名：ダフニリーナーH）に浸漬した。次いで実施例8と同一の条件で成形し、さらに同一の条件で焼結、熱処理を行い焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表2*

	[O] [ppm]	[C] [wt%]	ρ_s [g/cm ³]	Br [kG]	iHc [kOe]	(BH) _{max} [MGoe]
実施例7	1850	0.01	7.60	13.5	11.9	41.5
実施例8	1870	0.03	7.59	13.5	12.0	41.5
実施例9	1780	0.03	7.60	13.1	20.0	40.0
実施例10	1800	0.03	7.59	13.3	17.5	41.0
実施例11	1760	0.01	7.58	13.1	20.5	40.0
実施例12	1850	0.03	7.59	12.1	21.0	34.0

ρ_s : 焼結体密度

【0022】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明によると成形体の酸化および水分の吸着を防止するとともに、その保存性を向上して高い磁気特性を有する希土類焼結磁石を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の製造方法を実施するに好適なプレス装

*に示すように十分な特性が得られた。

【0020】（実施例12）希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、フェロニオブ、Nd、Dyを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=29.0%、Dy=2.0%、B=1.0%、Al=0.3%、Nb=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.2 μ mであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200～300℃、室温での動粘度が2.0cStの鉱物油（出光興産製、商品名：MC OIL P-02）に浸漬した。次いで、キャビティ内への原料注入を加圧を行わない以外は実施例8と同一の条件で成形し、さらに同一の条件で焼結、熱処理を行い焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性を測定したところ表2に示すように十分な特性が得られた。

【0021】

【表2】

置の1例を示す断面図である。

【符号の説明】

1・・・金型 2・・・下パンチ 3・・・
溶媒排出用穴
4・・・フィルター 5・・・上パンチ 6・・・
配向磁場用コイル
7・・・ポールピース

【図1】

